

(19) BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

# Offenlegungsschrift

(10) DE 42 14 572 A 1

(61) Int. Cl. 5:  
**G 01 N 21/03**  
C 04 B 35/10

DE 42 14 572 A 1

(21) Aktenzeichen: P 42 14 572.4  
(22) Anmelddatum: 3. 5. 92  
(23) Offenlegungstag: 4. 11. 93

(71) Anmelder:

Emmrich, Roland, Dr.-Ing., D-6900 Jena, DE; Krippel,  
Gerhard, Dipl.-Ing., D-6540 Stadtroda, DE

(74) Vertreter:

Hübner, B., Dipl.-Ing., Pat.-Anw., 09111 Chemnitz

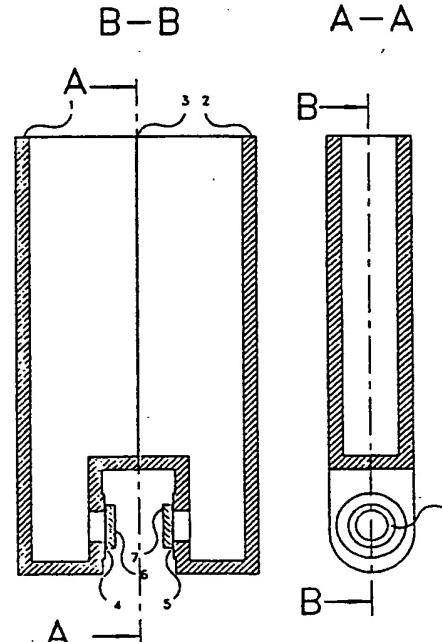
(72) Erfinder:

gleich Anmelder

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

(54) Hohler Formkörper aus keramischem Werkstoff

(55) Die Erfindung betrifft einen hohlen Formkörper aus keramischem Werkstoff zur Komplettierung von Spektrometern zur Transmissions- und Absorptionsmessung unter sehr aggressiven Bedingungen, er kann in einer Vielzahl von Abwandlungen in der optischen Meßtechnik (Spektrometrie) als Lichtwellenleiter-Vorsatz-Baugruppe eingesetzt werden. Aufgabe der Erfindung ist es, einen hohen keramischen Formkörper zu schaffen, dessen lichtdurchlässige Öffnungen thermisch und chemisch resistent bei sehr genauer Medienschichtstärke des Verschlußmediums verschlossen sind. Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß der Formkörper eine oder mehrere Öffnungen beliebiger Größe besitzt, die mit für Licht beliebiger Wellenlänge durchlässigem Werkstoff stoffsicherlich unlösbar verschlossen sind, wobei es vorteilhaft ist, wenn sich zwischen Öffnung und lichtdurchlässigem Werkstoff und/oder zwischen den Keramikformkörperteilen grüne sinternde keramische Folien befinden. Die Öffnungen sind dabei in ihrer Lage (Abstand, Winkel, Versatz) so angeordnet, daß Lichtstrahlen beliebiger Wellenlänge durch die mit für Licht beliebiger Wellenlänge durchlässigem Werkstoff dicht verschlossenen Öffnungen in den Formkörper hinein und wieder hinaus gelangen können. Als günstig wurde gefunden, daß der keramische Werkstoff hauptsächlich aus  $\text{Al}_2\text{O}_3$  besteht und daß der lichtdurchlässige Werkstoff zum dichten Verschluß der Öffnung ein Saphir ist.



DE 42 14 572 A 1

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

BUNDESDRUCKEREI 09. 93 308 044/294

4/48

## Beschreibung

Die Erfindung betrifft einen hohlen Formkörper aus keramischem Werkstoff zur Komplettierung von Spektrometern zur Transmissions- und Absorptionsmessung unter sehr aggressiven Bedingungen, er kann in einer Vielzahl von Abwandlungen in der optischen Meßtechnik (Spektrometrie) als Lichtwellenleiter-Vorsatz-Baugruppe eingesetzt werden.

Für die Analysenmeßtechnik werden Sensoren mit optischen Meßprinzipien benötigt, die auch unter chemisch aggressiven Bedingungen und erforderlichenfalls bei höheren Temperaturen Untersuchungen von flüssigen und gasförmigen Medien ermöglichen. Auf der Basis lichtoptischer Meßprinzipien werden mittels Licht variabler Wellenlänge Spektren für Transmission und Absorption aufgenommen. Neuere Geräte arbeiten auf der Basis von Lichtwellenleitern. Als Meßsonden werden sowohl Tauchküvetten (Gabel-) als auch Durchfluß-(Rohr-)Küvetten aus Glas verwendet. Um auch bei Wellenlängen im Bereich 200–300nm zu spektroskopieren, werden Tauchsonden aus Quarzglas verwendet. Die runden oder ovalen Gabelarme, in denen das optische System vor dem Untersuchungsmedium geschützt wird, werden durch Glasbläserarbeit hergestellt. Der Nachteil ist die herstellungsbedingte Ungenauigkeit der erfaßten Medienschichtstärke. Genauere Konstruktionen aus Quarzglas werden als prismatische Gabelarmanordnungen durch Löten bzw. Ansprengen/Diffusions-schweißen hergestellt (Firmenschrift Carl Zeiss Oberkochen, Tauchsonde TS 5). Die Genauigkeit dieser Konstruktion ist wesentlich größer. Sie hat jedoch den Nachteil, daß die Fügezonen mit Glaslot chemisch nicht sehr resistent sind.

Bei diffusionsgeschweißten Küvetten ist die chemische Resistenz von Quarzglas für die möglichen Einsatzbedingungen wesentlich, wobei diese jedoch geringer ist als die von Keramik. Ein anderer Glaswerkstoff für den kurzweligen Spektroskopiebereich ist nicht bekannt.

Aufgabe der Erfindung ist es, einen hohlen keramischen Formkörper zu schaffen, dessen lichtdurchlässige Öffnungen thermisch und chemisch resistent bei sehr genauer Medienschichtstärke des Verschlußmediums verschlossen sind.

Erfnungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß der Formkörper, der aus einem oder mehreren Keramikformkörperteilen bestehen kann, eine oder mehrere Öffnungen beliebiger Größe besitzt, die mit für Licht beliebiger Wellenlänge durchlässigem Werkstoff stoffschlüssig unlösbar verschlossen sind, wobei es vorteilhaft ist, wenn sich zwischen Öffnung und lichtdurchlässigem Werkstoff und/oder zwischen den Keramikformkörperteilen grüne sinternde keramische Folien befinden. Die Öffnungen sind dabei in ihrer Lage (Abstand, Winkel, Versatz) so angeordnet, daß Lichtstrahlen beliebiger Wellenlänge durch die mit für Licht beliebiger Wellenlänge durchlässigem Werkstoff dicht verschlossenen Öffnungen in den Formkörper hinein und wieder hinaus gelangen können. Sind im Inneren des Formkörpers optische Bauelemente zur Umlenkung des optischen Strahlengangs angeordnet, sind die Öffnungen so anzurichten, daß Lichtstrahlen beliebiger Wellenlänge durch die mit für Licht beliebiger Wellenlänge durchlässigem Werkstoff dicht verschlossenen Öffnungen in den Formkörper hinein und wieder hinaus gelangen können. Als günstig wurde gefunden, daß der keramische Werkstoff hauptsächlich aus  $\text{Al}_2\text{O}_3$  besteht und daß der lichtdurchlässige Werkstoff zum dichten Ver-

schluß der Öffnungen Saphir ist.

Die Erfindung soll nachstehend an einem Ausführungsbeispiel näher erläutert werden.

Fig. 1 zeigt die Gesamtdarstellung eines hohlen keramischen Formkörpers. Er besteht aus zwei Keramikformkörperteilen 1 und 2, zwischen denen sich eine sinternde keramische Folie 3 befindet. Die für die Untersuchung von flüssigen oder gasförmigen Medien vorhandenen Öffnungen beliebiger Größe sind mit für Licht beliebiger Wellenlänge durchlässigem Werkstoff stoffschlüssig unlösbar verschlossen.

Als Werkstoff, der Licht beliebiger Wellenlänge durchläßt, eignet sich für allerhöchste optische, thermische und chemische Ansprüche Saphir. Saphir ist chemisch und thermisch wesentlich besser beständig als Quarzglas und ist optisch ein ausgezeichneter Werkstoff. Deshalb wurden die Öffnungen in den Keramikformkörperteilen 1 und 2 mit zwei Saphir-Fenstern 6 und 7 verschlossen. Zwischen dem Keramikformkörperteil 1 und dem Saphir-Fenster 6 wurde eine sinternde keramische Folie 4 angeordnet, zwischen dem Keramikformkörperteil 2 und dem Saphir-Fenster 7 eine sinternde keramische Folie 5. Die Folienteile zum Verbinden von Keramikformköpern oder Keramikformkörperteilen miteinander und mit Saphir-Fenstern werden entsprechend der Form der Fügefächern strukturiert. Durch geeignete Aufgliederung in fertigungstechnisch günstige Baueinheiten können mittels dieser Folien und spezieller Vorrichtungen die verschiedensten Konstruktionen hergestellt werden. Durch Schneidwerkzeuge oder Laser können aus den "grünen" (ungesinterten) Folien beliebige den Küvettenkonstruktionen angepaßte "dichtungähnliche" Zwischenschichtstrukturen hergestellt werden. Danach werden diese strukturierten Folien auf jeweils eine der miteinander zu fügenden Flächen aufgebracht. Um chemisch und thermisch sehr resitive Sonden zu bauen, deren erfaßtes Schichtdicken-volumen sehr genau toleriert ist, bedarf es einer speziellen Technologie. Mittels einfacher Vorrichtungen werden die zu fügenden Teile in ihrer Lage gehalten. Nach Einbau in eine pressenähnliche Vorrichtung werden die zu fügenden Teile bei Temperaturen von 950–1500°C, Flächenpressungen von 0,2–4 MPa und einer Haltezeit der Temperatur von 5–90 Minuten stoffschlüssig verbunden (geschweißt). Unter Verwendung kreisringförmiger Folienschnitte können Saphir-Fenster mit beliebigen anderen Formköpern verbunden werden. Besteht die Formkörper (in diesem Fall die unterschiedlichen Küvettenkörper-Varianten) aus konstruktiven oder technologischen Gründen aus mehreren Bauelementen, so können diese auf gleiche Weise verschweißt werden. Günstige Konstruktionen sind möglich, wenn alle Bauelemente für die Küvette in einem Zyklus verschweißt werden können. Es sind aber auch Abfolgen von Schweißprozessen möglich.

Je nach Küvettenkörper-Variante befindet sich hinter den Saphir-Fenstern die ultraviolett-taugliche Ein- und Auskoppel-Optik für das Lichtwellenleiter-System. Im Fall der gabelförmigen Küvettenkörper wird der optische Strahlengang noch um 90° gedreht. Bei der rohrförmigen Durchfluß-Küvette sind die Ein- und Auskoppel-Optiken fluchtend angeordnet. Prinzipiell kann die gabelförmige Küvette auch mit einem "kragenähnlichen" Flansch zum seitlichen Einsetzen in Rohrleitungen versehen werden. Nach dem beschriebenen Verfahren gefügte hohle Formkörper mit Saphir-Fenstern sind vakuumdicht, in ihnen können entsprechende Optiken angeordnet werden. Die zeitaufwendige und kostenint-

tensive, manchmal auch nicht ungefährliche, Probenentnahme und das Einfüllen in eine Küvette, die dann in das Spektrometer eingesetzt wird, entfällt.

## Patentansprüche

5

1. Hohler Formkörper aus keramischem Werkstoff, dadurch gekennzeichnet, daß er eine oder mehrere Öffnungen beliebiger Größe besitzt, die mit für Licht beliebiger Wellenlänge durchlässigem Werkstoff stoffschlüssig unlösbar verschlossen sind. 10
2. Hohler Formkörper aus keramischem Werkstoff, dadurch gekennzeichnet, daß er eine oder mehrere Öffnungen beliebiger Größe besitzt, die mit für Licht beliebiger Wellenlänge durchlässigem Werkstoff stoffschlüssig unlösbar verschlossen sind, wobei sich zwischen Öffnung und lichtdurchlässigem Werkstoff grüne sinternde keramische Folien (4, 5) befinden. 15
3. Hohler Formkörper aus keramischem Werkstoff, dadurch gekennzeichnet, daß er aus mindestens zwei Keramikformkörperteilen (1, 2) besteht und daß er eine oder mehrere Öffnungen beliebiger Größe besitzt, die mit für Licht beliebiger Wellenlänge durchlässigem Werkstoff stoffschlüssig unlösbar verschlossen sind, wobei sich zwischen Öffnung und lichtdurchlässigem Werkstoff und/oder zwischen den Keramikformkörperteilen (1, 2) grüne sinternde keramische Folien (3, 4, 5) befinden. 20
4. Hohler Formkörper nach Anspruch 1, 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Öffnungen in ihrer Lage (Abstand, Winkel, Versatz) so angeordnet sind, daß Lichtstrahlen beliebiger Wellenlänge durch die mit für Licht beliebiger Wellenlänge durchlässigem Werkstoff dicht verschlossenen Öffnungen in den Formkörper und wieder hinaus gelangen können. 30
5. Hohler Formkörper nach Anspruch 1, 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, daß im Inneren des Formkörpers optische Bauelemente zur Umlenkung des optischen Strahlengangs so angeordnet sind, daß Lichtstrahlen beliebiger Wellenlänge durch die mit für Licht beliebiger Wellenlänge durchlässigem Werkstoff dicht verschlossenen Öffnungen in den Formkörper und wieder hinaus gelangen können. 40
6. Hohler Formkörper nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß der keramische Werkstoff hauptsächlich aus  $\text{Al}_2\text{O}_3$  besteht. 45
7. Hohler Formkörper nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß der lichtdurchlässige Werkstoff zum dichten Verschluß der Öffnungen Saphir ist. 50

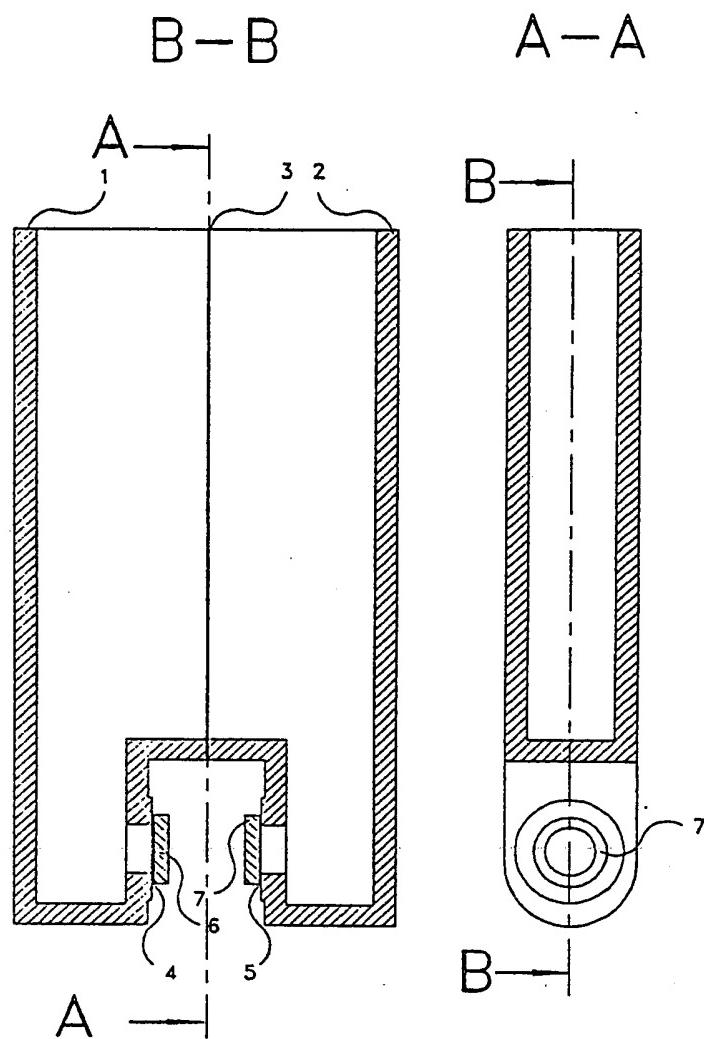
---

Hierzu 1 Seite(n) Zeichnungen

55

60

65



Figur 1